

⑫ 特許公報 (B2)

平3-17075

⑬ Int. Cl.⁵

F 27 D 21/00
 B 22 F 3/14
 C 04 B 35/64
 F 27 B 17/00
 G 01 K 7/02

識別記号

G 302
 301
 C

庁内整理番号

8825-4K
 7511-4K
 7409-2F

⑭ 公告 平成3年(1991)3月7日

発明の数 I (全8頁)

⑮ 発明の名称 高温高圧炉における温度計測装置

⑯ 特願 昭59-75652

⑯ 公開 昭60-218583

⑯ 出願 昭59(1984)4月14日

⑯ 昭60(1985)11月1日

⑰ 発明者 神田剛 兵庫県西宮市老松町16番27号

⑰ 発明者 藤川隆男 兵庫県神戸市須磨区神の谷7-7-100

⑰ 発明者 小船恵生 兵庫県神戸市灘区篠原伯母野山町2-3-1

⑯ 出願人 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区臨浜町1丁目3番18号

⑯ 代理人 弁理士 宮本泰一

審査官 長者義久

⑮ 参考文献 特開 昭60-156396 (JP, A)

1

2

⑰ 特許請求の範囲

1 保護管内に挿入孔をもつ絶縁管を収設し、該絶縁管内に熱電対線を挿入して絶縁管上端部で前記熱電対線を鉛直下方に保持せしめた高温高圧炉における温度計測装置において、前記熱電対線を太径のプラス側及びマイナス側両ロッド部材となし、かつ絶縁管の各対応する熱電対ロッド部材挿入孔の孔径を前記各ロッド部材の径に比し大ならしめ少くとも高温領域において各ロッド部材と絶縁管の各ロッド部材挿入孔との間に間隙を存せしめて各ロッド部材を殆んど非接触状態で絶縁管の挿入孔内に懸垂保持せしめたことを特徴とする高温高圧炉における温度計測装置。

2 下部低温領域において、少なくとも1つの絶縁管の熱電対ロッド部材挿入孔径をロッド部材径と略同径とした特許請求の範囲第1項記載の高温高圧炉における温度計測装置。

3 热電対をW又は/及びW-Re系材料で構成し、絶縁管を少くとも高温領域部はBNで構成せしめた特許請求の範囲第1項又は第2項記載の高温高圧炉における温度計測装置。

4 热電対のロッド部材の径が3mm以上である特許請求の範囲第1項、第2項又は第3項記載の高温高圧炉における温度計測装置。

5 絶縁管が複数の短尺絶縁管を多段に積み重ね構成されている特許請求の範囲第1項、第2項、第3項又は第4項記載の高温高圧炉における温度計測装置。

6 多段に積み重ねた短尺絶縁管を同心的に保持する手段が絶縁管に熱電対ロッド部材挿入孔とともに設けられた2つの貫通孔と、該貫通孔に挿入された棒材である特許請求の範囲第5項記載の高温高圧炉における温度計測装置。

7 棒材の材質がW又は/及びW-Re系材料である特許請求の範囲第6項記載の高温高圧炉における温度計測装置。

8 多段に積み重ねた複数個の短尺絶縁管を軸線方向に同心的に保持する手段が絶縁管に熱電対ロ

15 ツド部材挿入孔とともに設けられた2つの貫通孔と、該貫通孔に挿入された熱電対ロッド部材検定用の熱起電力特性が既知なる熱電対線である特許請求の範囲第5項記載の高温高圧炉における温度測定装置。

20 9 热電対が絶縁管上端部にそのロッド部材締結用ボタンを当接させることにより懸垂保持されている特許請求の範囲第1~8項の何れかの項に記載の高温高圧炉における温度計測装置。

10 热電対が絶縁管上端部に、絶縁管上部と、

熱電対のロッド部材締結ボタンとの間に絶縁管とは異種材質のスペーサを介して懸垂保持されている特許請求の範囲第1～8項の何れかの項に記載の高温高圧炉における温度計測装置。

11 スペーサの材質がBeO、ThO₂、HfO₂、Y₂O₃からなる群より選ばれた少くとも1種である特許請求の範囲第10項記載の高温高圧炉における温度計測装置。

発明の詳細な説明

(イ) 産業上の利用分野

本発明は加圧焼結炉、熱間静水圧加圧成形装置（以下、HIP装置と略記する）など、ガス加圧雰囲気下、2000°C近傍の温度において使用する高温温度計測装置、特に高温計測用熱電対の構成に関するものである。

(ロ) 従来の技術

近年、窒化珪素（Si₃N₄）や炭化珪素（SiC）など非酸化物系セラミックス高効率ガスターピンあるいはディーゼルエンジン等に供する高強度部材として注目され活潑な研究開発投資が行なわれており、その製造プロセスの手段として例えばSi₃N₄ではN₂雰囲気、温度1800～2100°C、圧力10～100kg f/cm²の加圧焼結炉や、N₂雰囲気、温度1700～1800°C、圧力1000～2000kg f/cm²のHIP装置の使用が検討されている。

ところで、これら加圧焼結炉あるいはHIP装置における炉内温度の測定手段としては1700°Cを越える高温度領域での使用ということから放射温度計などの光学的手段の適用が好ましいが、この手段ではセンサー部に炉室の放射光を直接導く必要があるため、例えば第8図に示すHIP装置においては上蓋21、下蓋22とを備えた圧力容器20、更には圧力容器内壁と炉室23との熱絶縁をはかる断熱層24とに夫々開孔27、28を設ける必要がある。

ところが、この場合、開孔27は圧力容器20の強度低下をもたらし、さらに開孔28は内部の圧媒ガスの循環に伴なう熱損失を招くので光学的測温手段の適用は実質的に不可能であり、加圧焼結炉においても種々、10kg f/cm²G程度までの適用が見られるにすぎない。

従つて、いわゆる高圧ガス取締法の適用を受ける10kg f/cm²G以上の加圧焼結炉あるいはHIP装置を対象とした測温手段としては現在市販のW-

Re系熱電対（例えば米国HOSKINS社製、Φ0.5、W-R 5/26熱電対）を適用することしか手段は残されていない。

そのため、前記HIP装置などにおいて、絶縁管内に上記市販の熱電対を挿入し、これを絶縁管上端部で保持せしめて、これら絶縁管及び熱電対を先端が閉鎖された保護管内に収設して圧力容器内の断熱層内部に配設することが試みられており、その取付手段などに工夫が加えられている。

- 10 しかしながら、上位市販のW-Re系熱電対は通常、線径が0.5mm程度という細径であり、これを2000°Cの温度領域をもつ200mm、長さ500mmのHIP装置において適用する場合には上記熱電対が上下両端において半拘束状態にあるため熱膨張に起因して弓なりの状態を呈し、結局、その寿命は1回の稼働に耐えるのがやつとという感じで、2000°C仕様のHIP装置など高温高圧炉を工業生産に供する際の大きな障害となっている。
- 14 ハ) 発明が解決しようとする問題点

- 20 即ち、本発明は上述の如き実状に対処し、W-Re系熱電対の寿命の低下を阻止し、かつ熱膨張に起因する破損を防止して高温高圧炉の測温手段の効率化ならびにその工業生産上の障害を除去することを課題とし、熱電対構成因子である線径と、その支持態様に着目してその解決をはかることを目的とするものである。
- 25 ニ) 問題点を解決するための手段

- 30 しかして上記目的に適合する本発明の特徴とするところは、保護管内に挿入孔をもつ絶縁管を収設し、該絶縁管内に熱電対線を挿入して絶縁管上端部で前記熱電対線を鉛直下方に保持せしめた前記高温高圧炉における温度計測装置において、前記熱電対線を太径のプラス側及びマイナス側ロッド部材となし、かつ絶縁管の各対応する熱電対ロッド部材挿入孔を前記各ロッド部材径に比し大径ならしめ、少くとも高温領域において各ロッド部材と絶縁管の各ロッド部材挿入孔との間に隙間を存せしめて各ロッド部材を殆んど非接触状態で絶縁管の挿入孔内に同心的に懸垂保持せしめた点にある。
- 35 40

ここで、熱電対は通常、W又は/及びW-Re系材料で構成されるものであり、又、絶縁管は通常BN材料からなる。

そして、熱電対の要部をなすロッド部材は從前

の熱電対線に比し、遙かに剛性の大なる太い径を有し、プラス側、マイナス側ともに3mm以上である。

これら両ロッド部材は両端部にねじ加工が施され、ロッド部材締結ボタンにねじ込まれるか、しまりばめその他の機械的手段又は溶接によつて結合されて熱電対として構成される。

この場合、ロッド部材締結ボタンの材質としては熱電対ロッド部材のプラス側、マイナス側を構成する材料の何れでもよいが、ねじ加工及び強度上の観点からはより延性を有するマイナス側の材料を用いることが好ましい。

しかし、勿論、プラス側、マイナス側以外の材料を使用しても熱電対としての構成が可能であることは明らかであり、両者の中間組成の材料を使用しても差支えない。

なお、ロッド部材と、前記締結ボタンとのねじ結合をより強固にするため、増締用ナットを使用することもあり、この場合、該ナットはプラス側はプラス側材料、マイナス側はマイナス側材料で製作するのが材料の熱膨張係数の差にもとづくゆるみ等を防止し熱起電力を安定的に発生させる上から好適である。

以上のような構成からなる熱電対は夫々、プラス側、マイナス側ロッド部材を挿入する2つの挿入孔を有する絶縁管に装着され、各ロッド部材が絶縁管の上端部よりその挿入孔内に鉛直下方に懸垂保持されるが、この絶縁管は長尺の1本の管体で構成することも可能であるが、任意の長さに調整可能ならしめる点から短尺の管体を複数個用い、多段積み重ね構成することが好ましく、通常はかかる多段積み重ねによる絶縁管が用いられる。

この場合、前記各短尺の管体の同心配置を確実ならしめることが必要であり、そのため、前記ロッド部材挿入孔とは別に2つの貫通孔を設け、この貫通孔に軸線方向全長にわたり棒材を通してロッド材挿入孔が全長にわたり軸線方向に同心となるようにすることが好適である。このとき使用する棒材としては2000°Cでの耐性を考慮して熱電対のロッド部材と同様、W又は/及びW-Re系材料とすることが望ましい。

更に上記の外、前記挿入孔の同心配置と兼ねて熱電対の起電力特性を市販検定済熱電対、例えば

米国HOSKINS社製品により検定可能な如く絶縁管を構成してもよい。

なお、以上の絶縁管の材質としては2000°Cレベルでの耐性、加工性ならびにコストの観点から前述の如くBNを使用することが好適であるが、熱電対ユニットの下方、温度が1800°C以下の領域ではAl₂O₃を使用することも可能である。

かくして、叙上の絶縁管中にその上端部で懸垂保持された熱電対ロッド部材を含む熱電対に対し一端部を閉じた保護管を被せて炉室内に鉛直に設置することにより終局的に目的とする本発明における高温計測用熱電対ユニットが構成される。

この場合、保護管の材質としては、絶縁管の同様、2000°Cレベルでの耐性、加工性及びコストの観点からBNが好ましいものとして使用される。

なお、上記の如く構成された熱電対ユニットは高温高圧炉の炉内に使用されるが、このとき、前記HIP装置の炉室内下方の断熱の役目を果たす試料設置台の上端部位置より下方の領域に位置する少くとも1つの絶縁管の熱電対ロッド部材挿入孔を熱電対ロッド部材と略同径とすることにより剛性を有する熱電対ロッド部材と絶縁管との接触は高温炉室領域においては絶縁管上端部のみとなり、絶縁管材質の高温下での電気絶縁性の低下によるもとづくシャントエラーを回避する上で好適となる。

しかし、何れにしても、絶縁管上端部では熱電対ロッド部材締結用ボタンを介して熱電対ロッド部材は懸垂保持されているため、熱電対ロッド部材と絶縁管とは接触が起つてゐることは間違ひなく、従つて、最上部絶縁管の上端挿入孔部を細径としても同様の効果を発揮させることが出来るることは勿論であり、とにかく、シャントエラーの発生を防止する上から非接触とすることが好ましい。

その他、大部分の箇所では接触が起つてゐないわけで、かかる意味では殆んど非接触状態にあるといえる。

更に、熱電対ロッド部材と絶縁管が高温下で接触すれば、BNが分解し熱電対ロッド部材中にBが拡散渗透して長期的に見れば熱起電力の低下を来たすので、これを改善する手段として絶縁管の最上部に前記締結用ボタンの間に絶縁管とは異種物質の、例えば2つの孔を有するペーサを介装す

ことが好ましい手段として適用される。このスペーサはその量が僅かであることから加工性、コストなどを比較的無視でき、性能最優先での材質選定が可能であるところから、例えば電気絶縁はすぐれているが、毒性の問題のあるBeO、放射性が問題となるThO₂、その他コスト面で高価となるHfO₂、Y₂O₃の使用も可能である。

なお、熱電対ロッド部材とBN絶縁管とが大部分の高温度領域において非接触に保たれる前記構成は、前記シヤントエラー発生の観点のみならず上述の測温精度向上の観点からも好ましいことはいうまでもない。

4 実施例

以下、更に添付図面にもとづき本発明の実施例を説明する。

第1図は本発明装置の要部を構成する熱電対ユニットの1例を示し、Tは熱電対ユニット、1はねじ締結構造で構成された熱電対、2は熱電対のプラス側ロッド部材、3は同じく熱電対のマイナス側ロッド部材であり、これら量部材2、3はその両端部にねじ加工が施され、第1図口に示す如くロッド部材層孔13、13'を有する絶縁管11の前記挿入孔13、13'の内部に挿入されて絶縁管11上端部においてロッド部材2、3をねじ込むべく2個所に雌ねじ加工が施された締結用ボタン4に上部ねじ部がねじ込まれ、更にねじ結合をより強固にする増締用ナット5、6で締め付けられて第2図図示の如き短尺管体が多段に積み重ねられた絶縁管11の上端部より直下方に懸吊保持されて熱電対1を形成し、下方へ突出したロッド部材下端部が同じく前記ナット5、6と同一材料、同一形状で製作されたナット7、8によって温度記録計(図示せず)等への接続を容易ならしめるリード線9、10に接続されている。そして、前記熱電対1の外面は保護管12によつて被覆保護されている。

上記構成においてロッド部材2、3はその材質として、プラス側ロッド部材はW及びW-Re系材料例えばW-3%Re、W-5%Reなどで、一方、マイナス側ロッド部材3はプラス側材料のW及びW-5%Reに対応してW-26%Re、W-3%Reに対応してW-25%Re材料などが使用され、ロッド径は剛性の確保、ねじ加工、特に嵌合する雌ねじ加工を容易にすること、工業装置に適

用した場合の期待寿命の観点から3mm以上となつている。

又、ロッド部材をじ込む前記締結用ボタン4は第1図口に示す如く2個所に雌ねじ加工が施されており、通常、前記プラス側又はマイナス側ロッド部材を構成する材料もしくは両者の中間組成の材料からなり、ナット5、6、7、8はプラス側はプラス側ロッド部材2の材料、マイナス側はマイナス側ロッド部材3の材料と同一材料からなる。

更に前記太径のロッド部材2、3から温度記録計等への接続を容易ならしめるためのリード線9、10としては、例えば市販のHOSKINS社製0.5φW-Re用補償導線が用いられる。

なお、絶縁管11は前記ロッド部材2、3に比し、その挿入孔径が大径であると共に、第1図イ、第2図図示の如く短尺の管体が多段に積み重ねられることによって構成されてなり、この場合、各管体のロッド部材挿入孔13、13'が夫々軸線方向に同心的に積み重ねられることが肝要である。

絶縁管材質としては、2000°Cレベルでは、BNが使用されるが、1800°C以下の領域ではAl₂O₃を使用することも可能である。

第3図乃至第5図はかかる同心配置を容易に確保するための各構成例であり、第3図においては前記ロッド部材挿入孔13、13'の外に、それとは別個に2つの貫通孔14、15を設け、この貫通孔14、15に軸線方向全長にわたり、熱電対のロッド部材2、3と同じくW又はW-Re系材料からなる棒材を通しておる。一方、第4図及び第5図ではロッド部材挿入孔13、13'の同心配置と兼ねて市販の検定済熱電対により検定可能な如く絶縁管11を構成している。

即ち、図中、17、18はそれら検定済熱電対線の挿入孔であり、19は最上部絶縁管に設けた座ぐり部で検定済熱電対T'の先端部を収納せしめている。

第6図は本発明における熱電対の他の実施例を示し、その基本的構成は前述したところと同様で、同一符号をもつて同一部分を示しているが、本例にあつては絶縁管11の最上部に締結用ボタン4との間に絶縁管11とは異種材質の、例えば

2つの孔を有するスペーサ 16 を挿入し、熱電対と絶縁管と接触による高温下での長期的な熱起電力の低下を防止し、測温精度をより改善せしめている。

本発明の要部を構成する熱電対ユニットの構成は叙上の如くであり、これを高温高圧炉の炉内に設置する場合は例えば第7図に図示するHIP装置では断熱層24 内方の加熱装置26 内側に支持部材によって装着される。

このとき、ロッド部材2, 3 は絶縁管11 のロッド部材挿入孔13, 13' 内に上端部で支持されて懸垂保持されるが、挿入孔13, 13' の径がロッド部材2, 3 の径より大径であるため両者の間には間隙が存し、第1図の熱電対の場合に上部のB点において熱電対ロッド部材2, 3 と絶縁管11 とが接触するだけで、他は殆んど接触が起らず、非接触状態に維持される。(第7図口上部参照)

即ち、炉室23 下方の断熱の役目を果たす試料設置台25 の上端部A点より下方の領域に位置する少くとも1つの絶縁管11a の熱電対ロッド部材挿入孔13a, 13'a をロッド部材2, 3 と略同径することにより(第7図口下部参照)両者接触しても剛性を有する熱電対ロッド部材2, 3 と絶縁管11, 11aとの接触は熱電対ロッド部材挿入孔13, 13' が同心であるために高温炉室領域では第1図B点のみとなり絶縁管材質の高温下での電気絶縁性の低下にもとづくシャントエラー回避することができる。

なお、上記細径挿入孔13a, 13'a を有する絶縁管11a の配置温度領域としてはW-Re系熱電対とBN絶縁管との組合せにおいては、BN絶縁管の高温下での電気絶縁性が1600°Cを境として急速に低下してゆくことから、これを考慮し1600°C以下とすることが好ましい。

しかし、上記の如く第1図B点においても熱電対ロッド部材と絶縁管の接触が起つても充分、本発明の初期の目的が達成されることからして、最上部絶縁管の上記B点部分挿入孔部を粗径としてもシャントエラーの発生を防止する。上から非接触とすることが好ましい。最上部以外の領域では接触が起らない以上、充分、初期の効果を期待することができる。

次に、前記本発明測温装置を用いて実際にテス

トした状況を述べる。

テスト例 1

熱電対線としてロッド径3mm、長さ800mmのW-5%Re及びW-26%Reロッド部材を試作し、

5 両端部にM3×0.5のねじ加工を施した。又、締結用ボタンとしてW-26%Re、ナットとしてW-5%Re、W-26%Reのものを熱電対ロッド部材製作材料と同一ロッドにて試作した。

一方、絶縁管として、外径12mm、長さ50mmの

10 BNを試作し、ロッド部材挿入孔径を4mmとした。又、ロッド部材挿入孔とは別個に2.2mmの貫通孔を2個所に設け、外径2mmのW棒材を全長にわたり挿入し、ロッド部材挿入孔の同心をとつた。更に炉室温度を2000°CとしたHIP装置の1600°C以下の温度領域に位置する絶縁管のロッド部材挿入孔を3.2mmとした。

かくして、以上の構成から熱電対のロッド部材と絶縁管との炉室部分での接触は第1図B点に限定された。

20 以上の熱電対ロッド部材、絶縁管の組合せに対し、BN保護管をかぶせて熱電対ユニットを構成し、Ar1000kg f/cm² × 2000°C × 1hrの繰り返し耐久試験を実施した。

この際、同時に比較のためHOSKINS社製0.5

25 mmφ、W-Re5/26熱電対、同1.0mmφ、W-Re5/26熱電対及び上記本発明における同様な組成で特に絶縁管との接触に配慮を払わない構成を対照品として同様テストを実施した。

その結果、0.5mmφの熱電対の寿命は最高1サ

30 イクル、1.0mmφ熱電対の寿命は2~3サイクルであつたのに対し、試作熱電対は絶縁管との接触に配慮を払わない場合においても精度保証士1.0%の範囲で最低10サイクルの寿命を確保でき、特に配慮を払つた本発明例の場合には上記の場合より1.5倍以上の寿命向上が認められた。

テスト例 2

次に、上記の構成に、さらに最上部絶縁管と締結用ボタンとの間にスペーサとしてBeO、ThO₂、HfO₂、Y₂O₃を使用し耐久性試験を実施した。

この結果は、上記何れの組み合わせにおいてもAr1000kg f/cm² × 200°C × 1hr × 20サイクルテスト後の熱電対起電力の2000°Cに於ける低下量を、スペーサ使用しない場合に比して平均18%改善する

ことが出来た。

(イ) 発明の効果

本発明は以上の如く高温高圧炉における温度計測装置において、熱電対線を太径のロッド部材となし、かつ絶縁管のロッド部材挿入孔を前記ロッド部材より更に大径として各ロッド部材を絶縁管のロッド部材挿入孔に絶縁管と殆んど接触させることなく懸垂保持せしめたものであり、太径の熱電対ロッド部材の使用により熱電対線の結晶粒の粗大化にもとづく断線までの寿命の長期化をもたらし、かつ雰囲気中の不純物ガス成分による汚染に対する耐性が増し、著しい寿命の向上が可能となり、熱電対交換頻度を減少して高温高圧下の測温装置としての実効を増大させHIP装置など高温高圧炉の工業生産を容易ならしめる顕著な効果を有すると共に、高温領域下における熱電対ロッド部材と絶縁管との接触部が極めて僅かで最上端部に限定されているため、高温下の絶縁管の電気絶縁性の低下にもとづくシャントエラー発生を抑止できるばかりでなく、BNの分解によるBNの拡散渗透にもとづく熱起電力の低下をも抑止出来、極めて実質的かつ精度の高い測温を可能とする。

しかも、又、本発明においては熱電対ロッド部材が絶縁管上端部より懸垂保持されていて、下方は自由状態となつておらず、かつ前記の如くロッド部材と絶縁管との接触が殆んどないので、個々のロッド部材の熱膨張による伸びを下方に吸収でき同種の熱電対において屢々見受けられる熱膨張による破損を招くこともない。

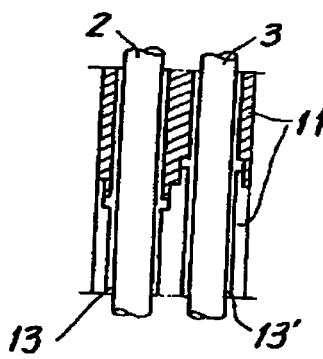
なお、絶縁管、保護管としてBNを多用し、又、BeO、ThO₂、HfO₂、Y₂O₃を用いたスペーサを介装することにより高温下での熱起電力の精度向上に極めて有効な、かつ低コストの熱電対の構成を可能ならしめる利点も期待できる。

図面の簡単な説明

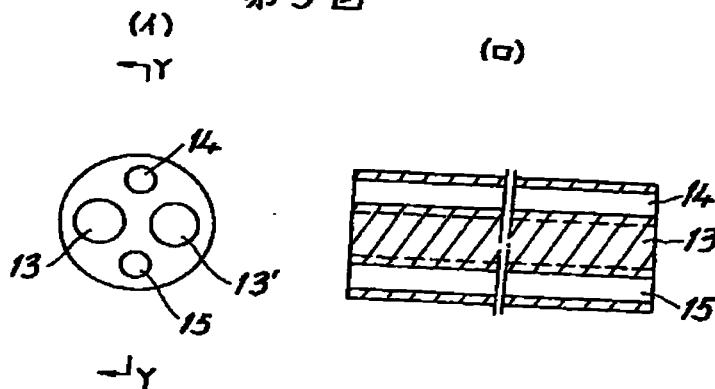
第1図イは本発明装置に用いる熱電対ユニットの1例を示す一部省略断面図、第1図ロは前記イのX-X矢視図、第2図は第1図イの絶縁管とロッド部材との挿入態様を示す部分拡大説明図、第3図イ、ロは絶縁管の上面図及びイのY-Y断面一部省略図、第4図イ、ロ及び第5図イ、ロは絶縁管の挿入孔を中心とするための他の各構成例イは上面図、ロはイ矢視縦断面図である。又第6図は本発明に使用する熱電対ユニットの他の実施例を示す一部省略断面図、第7図イ、ロはHIP装置における熱電対の配置態様を示す断面図、及び熱電対の上部、下部の拡大図、第8図は従来の測温手段を適用するHIP装置の断面概要図である。

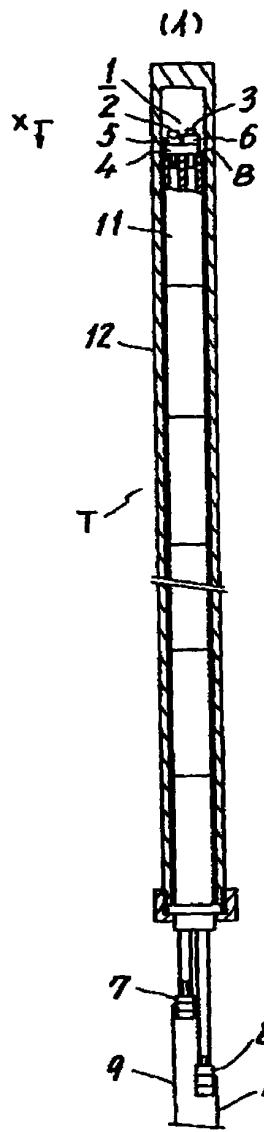
20 T……熱電対ユニット、1……熱電対、2……プラス側ロッド部材、3……マイナス側ロッド部材、4……ロッド部材締結用ボタン、5、6……上部のナット、7、8……下部のナット、9、10……リード線、11……絶縁管、12……保護管、13、13'、13a、13a'……ロッド部材挿入孔、14、15……貫通孔、16……スペーサ、17、18……貫通孔、20……圧力容器、23……炉室。

第2図

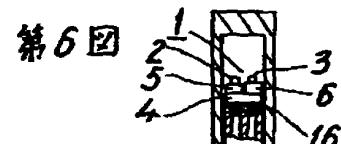
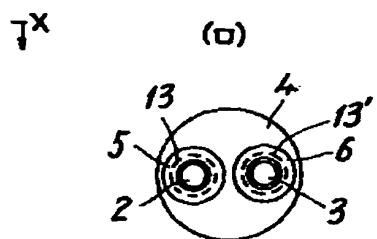


第3図

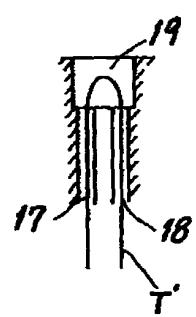
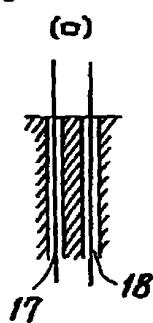
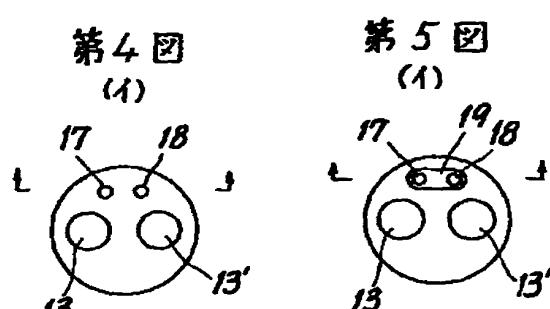
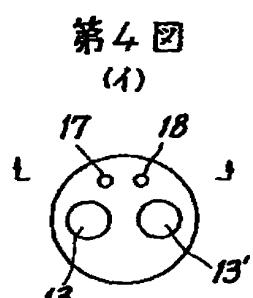




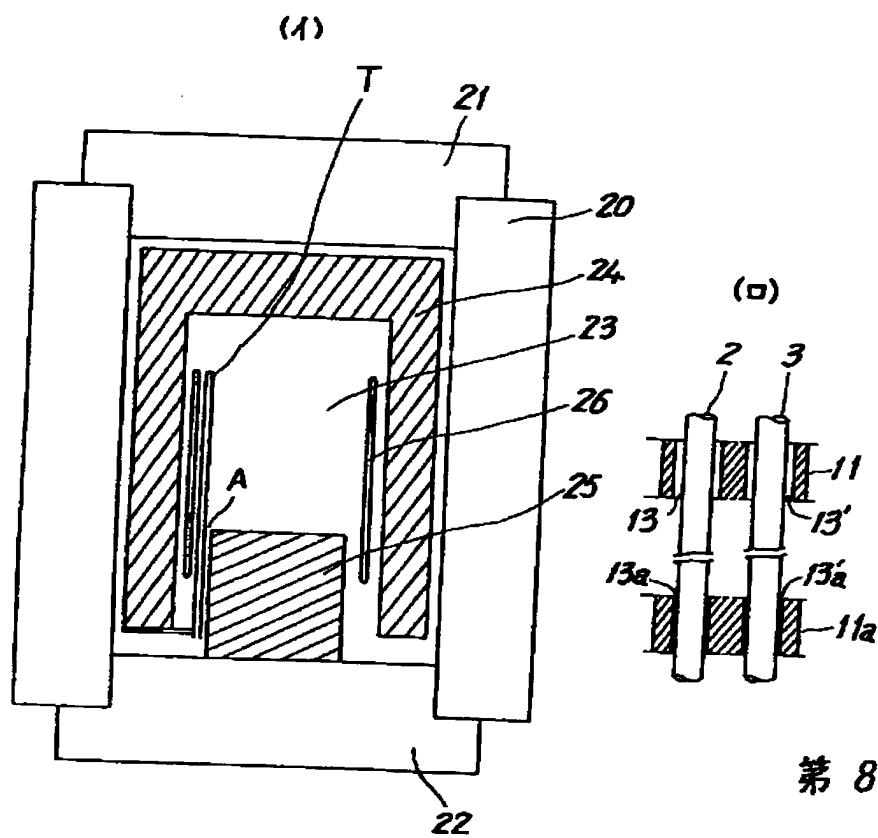
第1図



第6図



第7図



第8図

